

Production process for microcapsule of fragrant and pungent oil extract

Patent number: CN1146303 (A)

Publication date: 1997-04-02

Inventor(s): YUNFENG XIANG [CN]

Applicant(s): XIANG YUNFENG [CN]

Classification:

- international: A23L1/221; B01J13/02; A23L1/221; B01J13/02; (IPC1-7): A23L1/221; B01J13/02

- european:

Application number: CN19961017699 19960902

Priority number(s): CN19961017699 19960902

Also published as:

CN1061222 (C)

Abstract of CN 1146303 (A)

The invented technology consists of treatment of raw material, using diaculation method or CO₂ supercritical fluid to extract the oleoresin used as core, emulsifying capsule and low temp. spray drying. Said invention features reliable process, soft mouth feeling, coordinated fragrant and pungent tastes approaching to natural matter, high utilization factor of resources and low energy consumption.

.....
Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶

A23L 1/221

B01J 13/02



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 96117699.7

[43]公开日 1997 年 4 月 2 日

[11] 公开号 CN 1146303A

[22]申请日 96.9.2

[71]申请人 向云峰

地址 643033四川省自贡市四川轻化工学院21栋

[72]发明人 向云峰

[74]专利代理机构 四川省自贡市专利事务所

代理人 詹福五

权利要求书 1 页 说明书 6 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 香辛料油树脂微胶囊的生产工艺

[57]摘要

本发明属于调味品类香辛料油树脂微胶囊的生产工艺,包括原料处理、渗漉法或 CO₂ 超临界流体萃取油树脂作心材,乳化包囊、低温喷雾干燥等。本发明既克服了以精油作心材、高温喷雾干燥存在的原料损耗大、口感及香味差、获得率低等弊病,又克服了采用单一阿拉伯胶作壁材,经无水乙醇脱水后真空干燥存在的工艺成本高,产品难于成粉状等缺陷,而具有工艺可靠,口感柔和圆润、香辣味协调而近于天然物,资源利用率高及能耗低等特点。

(BJ)第 1456 号

权 利 要 求 书

1. 一种香辛料油树脂微胶囊的生产工艺, 特征在于其生产工艺包括:

A. 原料预处理: 挑选优质原料, 择净后破碎成细粉或浆, 过筛待用;

B. 油树脂的萃取: 将上述原料粉或浆, 在室温下采用乙醇为溶剂进行连续渗漉萃取, 或采用 CO_2 超临界流体萃取, 以制得无水或含水油树脂;

C. 乳化包裹: 按无水油树脂: 食用胶: 水 = 1 : 1~3 : 5~10 的比例, 首先乳化为原乳, 再进入均质机中, 在 10~40 MPa 下, 经 1~2 次均质乳化为 O/W 型乳剂;

D. 利用喷枪将均质乳化后的乳剂喷入低温喷雾干燥机中脱水干燥, 干燥机进风温度为 $80^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$, 出风温度 $40^\circ\text{C} \sim 60^\circ\text{C}$, 从而制得粒径为 $10 \sim 70 \mu\text{m}$ 的粉状油树脂微胶囊产品; 或再经:

E. 造粒: 用 D 所得粉状微胶囊作载体, 将其置于喷雾干燥机流化床制粒室中, 悬浮吸附雾化喷入的经均质的乳剂, 干燥后输出即得粒径为 $80 \sim 110 \mu\text{m}$ 的粒状微胶囊产品。

2. 按权利要求 1 所述香辛料油树脂微胶囊的生产工艺, 其特征在于所述采用 CO_2 超临界流体萃取, 是指将物料粉或浆送入萃取室与 $32^\circ\text{C} \sim 36^\circ\text{C}$, 25~35 MPa 超临界状态下的 CO_2 流体混合进行萃取, 萃取 60~120 分钟后, 在高压状态下进行液、渣分离; 残渣排入贮渣槽, 而含萃取物油树脂的 CO_2 流体则放入低压分离室, 在 0.1~0.3 MPa 压强下进行液、气分离; 其中 CO_2 气体被回收处理后进入下一循环利用, 而油树脂被释出, 送入贮存器待用。

3. 按权利要求 1 所述香辛料油树脂微胶囊的生产工艺; 其特征在于所述利用喷枪将均质乳化后的乳剂喷入低温喷雾干燥机中脱水干燥, 其喷枪的喷入压强为 0.2~0.3 MPa, 喷咀的孔径为 0.8~1.2 mm。

4. 按权利要求 1 所述香辛料油树脂微胶囊的生产工艺; 其特征在于所述作为壁材的食用胶是指阿拉伯胶、麦芽糊精、黄源胶及可溶性淀粉中两种或两种以上按一定比例混合而成的食用胶。

说 明 书

香辛料油树脂微胶囊的生产工艺

本发明属于食品工业中香辛料调味品的生产工艺，特别是一种生产香辛料油树脂微胶囊的工艺。尤其适合于将大蒜、生姜、辣椒、花椒等天然香辛料调味品精制成既便于使用、又便于保存的粉状或粒状调料。

目前，将食品烹调及食品行业中经常使用的一些天然香辛料调味品进行微囊化处理后，再直接用于烹调及食品生产，因其可达到提高资源利用率，延长调味品的保存（鲜）期及使用方便等目的，而愈来愈受到人们的重视。将上述调味品进行微囊化处理——制成微胶囊，主要采取两种方式：其一是首先将天然香辛料中作为呈味主体的挥发性精油提取出作为心材，然后再将该精油与壁材混合均质乳化、包囊，最后经高温喷雾干燥而制得相应的精油微胶囊。林波等在《化学世界》（1990年第8期，P351~353）上公开的“高压匀浆法制备微型胶囊的研究”；向云峰等在《食品工业》1995年第5期，P29~31上公开的“大蒜油微胶囊制备工艺的实验研究”及陈树生等在《食品研究与开发》1995年第3期，P22~25上公开的“微胶囊技术在调味品中的应用”等均属于这一类生产方法。此类技术中采用精油作心材并通过高温喷雾干燥制得微胶囊的不足之处在于精油及其挥发性物质损失较大，包埋率低；高温干燥时有的组份遭到破坏，产生一些新组份而使香味、口感变劣而影响产品的质量；此外，还存在精油提取过程中原料中的香气、味觉成份难于完全提出，获得率较低，原料利用不充分，以及高温干燥需配备高压锅炉，设备投资较大等缺陷；其二是采用油树脂作心材，因油树脂中既含代表香辛料香气的精油，还含有沸点较高的倍半萜及代表香辛味的树脂及天然抗氧化剂成份，因而具有良好的抗氧化分解能力，味感柔和圆润，香味和辛辣味等谐调，贮存期长且香辛料中的有效成份能较完整地得到萃取等优点。R. Zilberboim等在JOURNAL OF FOOD SCIENCE（食品科学）1986年，VO. 51 NO 5 P1301~1306上所公开的“脱水干燥微囊化：辣椒油树脂和芳香油的保留（包埋）率”就属于这类技术。该技术虽然具有采用油树脂作心材生产微胶囊的诸多优点，但其仅用

单一的阿拉伯胶作壁材，经均质乳化包裹后，先经无水乙醇脱水，再经真空干燥而制得微胶囊。其中阿拉伯胶终浓度达40%，无水乙醇与乳化液比率为10:1时心材包埋率仅达83%，同时必需增加乙醇回收及精制装置；而真空干燥时微胶囊极易粘团结块而难于成粉或粒状，影响产品质量。因此，该法又存在生产成本低，附属设备投资较大且粉、粒度差，难于保证产品质量等弊病。

本发明的目的是在采用油树脂作心材生产微胶囊并保留其诸多优点的基础上提高包埋率和产品质量，降低生产成本以及提高资源利用率、节约能源等目的。

本发明的解决方案是在背景技术基础上仍按常规工序对原料进行预处理，然后将预处理后的原料经 CO_2 超临界流体萃取或采用35~95%的乙醇为溶剂在室温下连续渗漉制备油树脂；而采用一定比例的阿拉伯胶、麦芽糊精、黄源胶、可溶性淀粉等易溶于水、易成膜的食用胶为壁材乳化为原乳，在室温及10~40 MPa条件下均质为O/W型乳化包裹，最后经低温喷雾干燥而制得粉状或粒状微胶囊。因此，本发明的生产工艺包括：

- A、原料预处理：挑选优质原料，择净后破碎成细粉或浆，过筛待用；
- B、油树脂的萃取：将上述原料粉或浆，在室温下采用乙醇为溶剂进行连续渗漉萃取，或采用 CO_2 超临界流体萃取，以制得无水或含水油树脂；
- C、乳化包裹：按无水油树脂：食用胶：水=1:1~3:5~10的比例首先乳化为原乳，再送入均质机中，在10~40 MPa下，经1~2次均质乳化为O/W型乳剂；
- D、脱水干燥：利用喷枪将经均质乳化后的乳剂喷入低温喷雾干燥机中脱水干燥，干燥机的进风温度为80°~100°C，出风温度40°~60°C，从而制得粒径为10~70 μm 的粉状油树脂微胶囊产品；或再经
- E、造粒：用D所得粉状微胶囊作载体，将其置于喷雾干燥机流化床制粒室中，悬浮吸附雾化喷入的均质后的乳剂，干燥后输出即得粒径为80~110 μm 的粒状微胶囊产品。

上述采用 CO_2 超临界流体萃取，以制得无水或含水油树脂，是指将物料粉

或浆送入萃取室与 $32^{\circ}\sim 36^{\circ}\text{C}$, $25\sim 35\text{MPa}$ 超临界状态下的 CO_2 流体混合进行萃取, 萃取 $60\sim 120$ 分钟后, 在高压状态下进行液渣分离; 残渣排入贮渣槽, 而含萃取物油树脂的 CO_2 流体则放入低压分离室, 在 $0.1\sim 0.3\text{MPa}$ 压强下进行液、气分离; 其中 CO_2 呈气体被回收处理后进入下一循环利用, 而油树脂被释出送入贮存器待用。所述作为壁材的食用胶是指阿拉伯胶、麦芽糊精、黄源胶及可溶性淀粉中两种或两种以上按一定比例混合而成的食用胶。而所述利用喷枪将经均质乳化后的乳剂喷入低温喷雾干燥机中脱水干燥, 其喷枪的喷入压强为 $0.2\sim 0.3\text{MPa}$, 喷嘴的孔径为 $0.8\sim 1.2\text{mm}$ 。

本发明由于利用香辛料的油树脂作为心材, 并采用室温或低温萃取, 因而对热敏性的香辛料中的挥发成份损失极小, 氧化反应亦可控制在最低限度, 特别是采用 CO_2 超临界萃取更不会与各组份发生化学反应, 而被萃取物油树脂的组份与原料相近; 采用低温喷雾干燥工艺, 又可避免高温干燥导致部分组份遭破坏而使口感等变坏及真空干燥易结块等弊病; 此外采用阿拉伯胶、麦芽糊精等食用胶混合作壁材, 又可在一定程度上降低成本。因此, 本发明具有生产工艺可靠, 适用范围较宽, 产品组份与天然物相近, 味感柔和圆润, 香味与辛辣味协调, 耐贮存以及资源利用率较高, 能耗低等特点。

实施例 1

本实施例以生产姜油树脂微胶囊为例。1. 原料预处理: 采用鲜老姜(含水率 87%) 作原料, 除去杂质及变质部分, 清洗沥干后重 4000g , 送入 DS-1 型高速组织捣碎机中, 在 1 万转/分、间歇式 3 分钟打浆, 过 20 目筛除去粗纤维等得姜泥; 2. 油树脂萃取: 以浓度为 90% 的乙醇 10kg 为溶剂, 将所得姜泥浸渍 24 小时后送入连续渗漉装置中, 在室温下, 以 $5\text{ml}/\text{分}$ 的流速进行渗漉; 再将渗漉液置于 HHS 恒温水浴中, 在 $8.4\sim 8.5\text{kPa}$ 压强及 $40^{\circ}\sim 45^{\circ}\text{C}$ 条件下, 减压蒸馏以回收乙醇, 从而得含水油树脂 2520g (含水率 88.44%); 渗漉萃取后的渣亦用上述减压蒸馏装置回收乙醇后除去(渣量 1980g); 合并回收溶剂, 用 1% 活性炭脱臭后重新利用; 3. 乳化包囊: 本实施例壁材采用阿拉伯胶 29.1g , 麦芽糊精 261.9g 配制, 加

水 99 g，将其与上述所得含水油树脂 2520 g 加入 DS—1 型高速组织捣碎机中，亦采用 1 万转/分，乳化成原乳，此时原乳中：无水油树脂：食用胶：水 = 1：1：8；然后再将原乳送入 JHG 型均质机中在室温下均质乳化，本实施例采用两次均质乳化，第一次 10~20 MPa 均质 6 分钟，第二次 30~40 MPa，均质 9 分钟，得均匀稳定的 O/W 型乳剂 2910 g（乳剂含水率 80%）

4. 脱水干燥：将上述乳剂加热到 45°~50°C，泵入 PGL—3 型喷雾干燥机中进行低温雾化干燥；泵压 0.2 MPa，喷嘴孔径 1 mm；干燥机进风温度 80°C，出风温度 50°，制得粉状生姜油树脂微胶囊 558 g。

该实施例所得微胶囊中：含水率：3.81%；心材包埋率：96.76%；收得率：95.88%；有效成份含量：1.62%；乙醇残留量：0.45%；粒径：采用日立 S—450 型电子显微镜抽选扫描，平均粒径为 39.5 μm。

实施例 2

本实施例以制取蒜油树脂微胶囊为例：

1. 原料预处理：鲜蒜（含水率 70%）经挑选、分瓣去茎，清洗沥干亦置于高速捣碎机中，在转速 1 万转/分条件下，间歇式 3 分钟打浆，过筛去皮，得蒜泥 5000 g；

2. 制备油树脂：将上述蒜泥置于 12 K g，浓度为 55% 的乙醇中浸渍 24 小时后，送入连续渗滤装置中，然后按实施例 1 的方式渗滤及回收溶剂，制得含水油树脂 3666 g（含水率 85.57%）；

3. 乳化包囊：壁材取阿拉伯胶 52.9 g，麦芽糊精 476.1 g，加水 37 g，在与实施例 1 相同的条件下与制得的含水油树脂 3666 g 混合乳化成原乳，此时：无水油树脂：食用胶：水 = 1：1：6，阿拉伯胶：麦芽糊精 = 1：9；再与实施例一相同的方式进行两次均质得 O/W 型乳剂 4232 g（含水率 75%）；

4. 脱水干燥：与实施例一同，最后得粉状大蒜油树脂胶囊 1020 g。

该实施例大蒜微胶囊中：含水率 7.12%，包埋率 97%，收得率 96.4%

有效成份含量0.48%，乙醇残留量0.42%，微囊平均粒度 $47.25\mu\text{m}$ 。

实施例3

以花椒油树脂微胶囊为例

1. 原料预处理：将花椒（含水率12.5%）择净除去杂质后置于DS—1高速组织捣碎机中粉碎成粉，过40目筛，得花椒粉5000g；

2. 油树脂的萃取：将上述花椒粉置于12kg浓度为55%的乙醇中浸渍24小时后送入连续渗漉装置中以5毫升/分的流速进行渗漉，渗漉液及渣均分别在8.4~8.5kPa压强下，经HHS型恒温水浴中， $85^{\circ}\sim 90^{\circ}\text{C}$ 减压蒸馏回收溶剂后得含水油树脂3506g（含水率57.9%），渣6907g（含水率57.9%）；

3. 乳化包裹：按无水油树脂：食用胶：水=1：1：5的比例配置后乳化成原乳，其中阿拉伯胶：麦芽糊精=1：9，即阿拉伯胶147.3g，麦芽糊精1325.7g；然后将原乳加热到 70°C 后仍采用JHG均质机进行两次均质，得O/W型乳剂10311g（含水率71.42%）；

4. 脱水干燥：本实施例干燥器进风温度为 $90^{\circ}\sim 95^{\circ}\text{C}$ ，出风温度为 50°C ，其余操作与实施例1同，得粉状花椒油树脂微胶囊2828g。

该微胶囊含水率2.98%，包埋率94.2%，收得率96%，有效成份含量9.8%，乙醇残留量0.45%，平均粒径 $12\mu\text{m}$ 。

实施例4

本实施例以生产辣椒油树脂微胶囊为例

1. 原料预处理：将干辣椒（含水率8.9%）择净，粉碎后，过60目标准筛，待用；

2. 油树脂萃取：将上述辣椒粉5000g输入萃取室，然后通过压缩机将 35°C 及30MPa超临界 CO_2 20kg送入萃取室，进行萃取，萃取100分钟后将携带物料（辣椒粉）的 CO_2 液体送入高压分离室进行液渣分离，分离后的携带油树脂的 CO_2 流体则放入低压分离室，在0.1~0.3MPa压强

下进行液、气分离；残渣则由单向高压阀排入贮渣槽；在低压分离室中 CO_2 转变为气体后输往活性炭过滤器，吸附气体分子所携物料回收进入下一循环利用；而油树脂被释出送入贮存器，得含水油树脂 1785 g（含水率 8.9%）；

3. 乳化包囊：本实施例采用黄源胶 406.5 g，可溶性淀粉 1219.5 g 作壁材，加水 6345 g 并与制得的含水油树脂 1785 g 混合乳化成原乳后，输入 JH4 型均质机在 20~40 MPa 及室温下，经 12~15 分钟均质，得 O/W 型乳剂 9754 g（含水率 66.68%）；

4. 脱水干燥：先取上述乳剂 4877 g 进行干燥处理；本实施例干燥机进风温度为 $90^\circ\sim 95^\circ\text{C}$ ，出风温度控制在 50°C 左右，其余同实施例 1，得粉状辣椒油树脂微胶囊 1561 g；

5. 造粒：将所得 1561 g 粉状油树脂作为载体，在 PLG-3 型喷雾干燥机流化床制粒室中，鼓动悬浮成流化状态，再将均质后的另一半乳剂 4877 g 雾化喷入制粒室中，对粉状微胶囊进行造粒、干燥处理，最后得粒状辣椒油树脂微胶囊 3100 g。

上述微胶囊：含水率 4%，包埋率 92.6%，收得率 95.3%，有效成份含量 0.38%，乙醇残留量 0.4%，微囊平均粒径 $107.2\mu\text{m}$ 。